

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-066801

(43)Date of publication of application : 10.03.1998

(51)Int.Cl.

B01D 3/26
 C01B 33/04
 C01B 33/107
 C01B 35/06
 F25J 3/02
 F25J 3/04

(21)Application number : 09-146361

(71)Applicant : BOC GROUP INC:THE

(22)Date of filing : 04.06.1997

(72)Inventor : WHITLOCK WALTER HUGH

(30)Priority

Priority number : 96 660147
 97 781463

Priority date : 07.06.1996
 10.01.1997

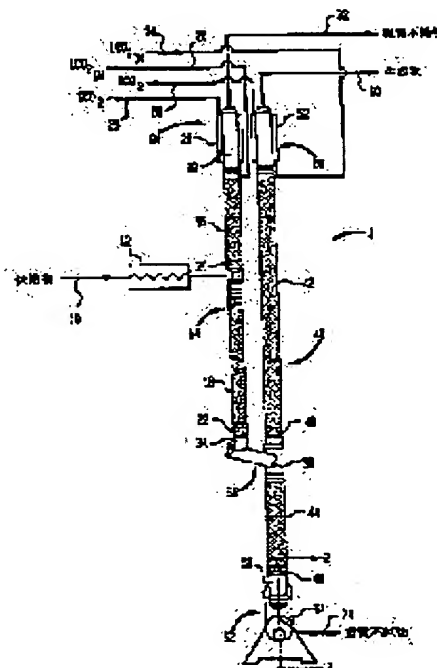
Priority country : US
 US

(54) METHOD AND APPARATUS FOR REFINING SUBSTANCE CONTAINING HEAVY AND LIGHT IMPURITIES

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method and an apparatus to be operated and controlled comparatively simply for removing heavy and light impurities from a substance for refining the substance.

SOLUTION: Boile-up is supplied in the second distilling column 40 by boiling a column bottom liquid produced in the second distilling column 40, thereby the formation of an ascending steam phase is started. A steam flow is taken out of the second distilling column 40, and then fed into the bottom region 34 of the first distilling column 14 to start the formation of an ascending steam phase. The steam flow taken out of the second distilling column 40 is formed from the ascending them phase produced in the second distilling column 40. Rebelling in the second distilling column 40 is conducted by a reboiling apparatus 62 which may include a reservoir 64 for accommodating a condensing heat-exchange fluid in replacement of boiling the column bottom liquid supplied into the second distilling column 40. A type of the heat-exchange fluid in use is adopted so that it has a higher condensing temperature than a bubble point temperature of the column bottom liquid in the second distilling column 40.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-66801

(43) 公開日 平成10年(1998) 3月10日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 3/26		9344-4D	B 0 1 D 3/26	A
C 0 1 B 33/04			C 0 1 B 33/04	
	33/107		33/107	B
	35/06		35/06	
F 2 5 J 3/02			F 2 5 J 3/02	Z

審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平9-146361

(22) 出願日 平成9年(1997) 6月4日

(31) 優先権主張番号 6 6 0 1 4 7

(32) 優先日 1996年6月7日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(31) 優先権主張番号 7 8 1 4 6 3

(32) 優先日 1997年1月10日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 591051184

ザ・ビーオーシー・グループ・インコーポ
レーテッドTHE BOC GROUP INCOR
PORATEDアメリカ合衆国ニュージャージー州07974,
ニュー・プロヴィデンス, マーレイ・ヒ
ル, マウンテン・アベニュー 575

(72) 発明者 ウォルター・エイチ・ホイットロック

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州
27516, チャペル・ヒル, リッジビュー・
レイン 510

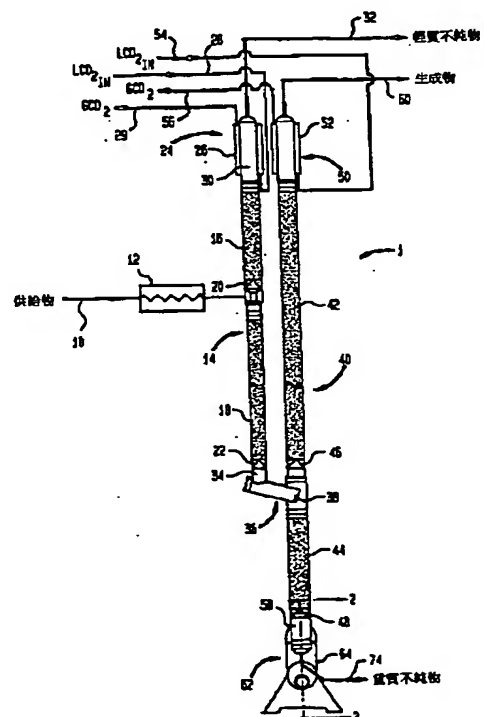
(74) 代理人 弁理士 社本 一夫 (外5名)

(54) 【発明の名称】 重質不純物と軽質不純物とを含んだ物質を精製するための方法および装置

(57) 【要約】

【課題】 物質を精留するために、物質から重質不純物と軽質不純物を除去するための方法と装置を提供する。

【解決手段】 第2の蒸留塔内で生成される塔底液を沸騰させて、第2の蒸留塔中にボイルアップを供給し、これによって上昇蒸気相の形成を開始させる。第2の蒸留塔から蒸気流れを取り出し、次いで第1の蒸留塔の底部区域に供給して、上昇蒸気相の形成を開始させる。第2の蒸留塔から取り出される蒸気流れは、第2の蒸留塔内に生成される上昇蒸気相から形成される。第2の蒸留塔内に供給される塔底液を沸騰させることと引き換えに凝縮する熱交換用流体を収容するリザーバーを含んでもよい再沸器によって、第2の蒸留塔を再沸騰させる。使用する熱交換用流体のタイプは、第2の蒸留塔の塔底液のバブルポイント温度より高い凝縮温度を有するように選択される。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (a) 重質不純物と軽質不純物とを含んだ物質を第 1 の蒸留塔にて精留して、軽質不純物の含量が少ない第 1 の塔底液と軽質不純物の含量が多い第 1 の塔オーバーヘッドとを生成させる工程；

(b) 前記塔底液の液体流れを第 2 の蒸留塔に導入して、前記重質不純物の含量が多い第 2 の塔底液、および前記重質不純物と前記軽質不純物の含量が少ない第 2 の塔オーバーヘッドを生成させる工程；

(c) 前記第 2 の蒸留塔中の前記第 2 の塔底液を沸騰させて、前記第 2 の蒸留塔中にボイルアップを供給し、これによって前記第 2 の蒸留塔中に上昇蒸気相の形成を開始させる工程；

(d) 前記上昇蒸気相を含んだ蒸気流れを前記第 2 の蒸留塔から取り出し、前記蒸気流れを前記第 1 の蒸留塔に導入して、前記第 1 の蒸留塔中にボイルアップを供給する工程；および

(e) 前記第 2 の塔オーバーヘッドを含んだ前記第 2 の蒸留塔から生成物流れを取り出す工程；を含む、重質不純物と軽質不純物とを含んだ物質を精製する方法。

【請求項 2】 前記物質が、二酸化炭素、窒素、水素、メタン、シラン、ジクロロシラン、トリクロロシラン、エタン、プロパン、塩化水素、臭化水素、または三塩化ホウ素である、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 前記ボイルアップが、前記第 2 の塔底液のバブルポイント温度より高い凝縮温度を有する熱交換用流体を気化させることによって、そして前記第 2 の塔底液と前記熱交換用流体との間で、前記熱交換用流体が凝縮し、前記第 2 の塔底液が沸騰するように熱を間接的に交換させることによって供給される、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】 前記蒸気流れが、前記液体流れの入口に位置している箇所にて前記第 2 の蒸留塔から取り出される、請求項 3 記載の方法。

【請求項 5】 前記物質が、その精留に適した温度に冷却される、請求項 3 記載の方法。

【請求項 6】 (a) 重質不純物と軽質不純物とを含んだ物質を精留して、前記軽質不純物の含量が少ない第 1 の塔底液と前記軽質不純物の含量が多い第 1 の塔オーバーヘッドを生成させるための第 1 の蒸留塔；

(b) 前記第 1 の塔底液を含んだ液体流れを精留し、これによって前記重質不純物の含量が多い第 2 の塔底液、および前記重質不純物と前記軽質不純物の含量が少ない第 2 の塔オーバーヘッドを生成させるための第 2 の蒸留塔；

(c) 前記第 2 の蒸留塔中の前記第 2 の塔底液を沸騰させて、前記第 2 の蒸留塔中にボイルアップを供給し、これによって前記第 2 の蒸留塔中に上昇蒸気相の形成を開始させるための再沸器手段；

(d) 前記上昇蒸気相を含んだ蒸気流れを前記第 2 の

蒸留塔から取り出し、前記蒸気流れを前記第 1 の蒸留塔に導入して、前記第 1 の蒸留塔中にボイルアップを供給するための手段；および

(e) 前記第 2 の塔オーバーヘッドを含んだ生成物流れを前記第 2 の蒸留塔から取り出すための手段；を含む、重質不純物と軽質不純物とを含んだ物質を生成するための装置。

【請求項 7】 前記再沸器手段が、

(a) 前記第 2 の塔底液のバブルポイント温度より高い凝縮温度を有する熱交換用流体を気化させるための気化手段；および (b) 前記第 2 の塔底液と前記熱交換用流体との間で、前記熱交換用流体が凝縮し、そして前記第 2 の塔底液が沸騰するように熱を間接的に交換させるための間接的熱交換手段；を含む、請求項 6 記載の装置。

【請求項 8】 前記間接的熱交換手段が、前記熱交換用流体を収容したリザーバーを含み；前記第 2 の蒸留塔が、前記リザーバー中に突き出た底部区域を有し；そして前記気化手段が、前記リザーバー中に設置された電気発熱体を含む；請求項 7 記載の装置。

【請求項 9】 前記取り出し・導入手段が、前記液相の入口に位置している箇所にて前記蒸気流れが前記第 2 の蒸留塔から取り出されるように設計されている、請求項 6 または 8 に記載の装置。

【請求項 10】 前記第 1 と第 2 の蒸留塔が第 1 と第 2 のヘッド凝縮器を有し、それぞれが、冷却剤を受け入れるための外側環状ジャケットと、第 1 と第 2 の塔オーバーヘッドを受け入れるための、前記蒸留塔の頂部区域と連通関係にある内側管とを画定している 2 つの同心シリンダーを含む、請求項 6 または 8 に記載の装置。

【請求項 11】 前記取り出し・導入手段が、前記第 2 の蒸留塔のほうに向かって下向きに傾斜している管を含み、前記管が、前記蒸気流れと前記液体流れが前記管内を互いに向流方向にて流れるような大きさに造られており、このとき前記第 1 と第 2 の蒸留塔が第 1 と第 2 のヘッド凝縮器を有していて、それぞれが、冷却剤を受け入れるための外側環状ジャケットと、第 1 と第 2 の塔オーバーヘッドを受け入れるための、前記蒸留塔の頂部区域と連通関係にある内側管とを画定している 2 つの同心シリンダーを含む、請求項 10 記載の装置。

【請求項 12】 前記物質をその精留に適した温度に冷却するための冷却手段をさらに含む、請求項 6 または 8 に記載の装置。

【請求項 13】 前記物質をその精留に適した温度に冷却するための冷却手段をさらに含む、請求項 11 記載の装置。

【請求項 14】 (a) 2 つの混合物の第 1 の混合物を、次いで第 2 の混合物を蒸留塔に導入して、前記 2 つの混合物の前記第 1 と第 2 の混合物のそれぞれに対して塔オーバーヘッドと塔底液とを生成させる工程；および

(b) 前記蒸留塔中の前記塔底液を沸騰させて、前記蒸留塔中にボイルアップを供給し、これによって前記蒸留塔中に上昇蒸気相の形成を開始させる工程、このとき前記 2 つの混合物の前記第 1 の混合物に対して生成された塔底液のバブルポイント温度より高い凝縮温度を有する第 1 の熱交換用流体を気化させることによって、そして前記塔底液と前記第 1 の熱交換用流体との間で、前記第 1 の熱交換用流体が凝縮し、前記第 1 の塔底液が沸騰するように熱を間接的に交換させることによって、前記 2 つの混合物の前記第 1 の混合物に対する前記塔底液を沸騰させ、そして前記 2 つの混合物の前記第 2 の混合物に対して生成された塔底液のバブルポイント温度より高い凝縮温度を有する第 2 の熱交換用流体を気化させることによって、そして前記塔底液と前記第 2 の熱交換用流体との間で、前記第 2 の熱交換用流体が凝縮し、前記第 2 の塔底液が沸騰するように熱を間接的に交換させることによって、前記 2 つの混合物の前記第 2 の混合物に対する前記塔底液を沸騰させる；を含む、2 つの混合物を分離する方法。

【請求項 15】 前記蒸留塔が、前記第 1 と第 2 の熱交換用流体を加熱するための手段を有するリザーバー中に延びており；そして前記 2 つの混合物の前記第 2 の混合物を前記蒸留塔中に導入する前に、前記第 1 の熱交換用流体を前記第 2 の熱交換用流体で置き換える；請求項 14 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、物質を第 1 と第 2 の蒸留塔において精留して、物質から重質不純物と軽質不純物を除去する、という物質を精製するための方法と装置に関する。さらに詳細には、本発明は、第 1 の精留塔が軽質不純物含量の少ない塔底液を生成し、第 2 の蒸留塔が第 1 の蒸留塔の塔底液をさらに精留して精製された物質が得られる、という方法と装置に関する。さらに詳細には、本発明は、第 1 と第 2 の蒸留塔に対するボイルアップ (boil-up) が、第 2 の蒸留塔中に生成された塔底液を再沸させることによって供給される、という方法と装置に関する。さらに詳細には、本発明は、再沸器中にて使用される熱交換用流体を精製しようとする物質に応じて選択できる、という再沸器に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】種々のタイプの工業的プロセスの多くは、超高純度すなわち不純物含量が約 5 ppm 未満であるような物質を必要とする。半導体の製造において精製プロセス流れ（たとえばエッチング用物質）が必要とされるエレクトロニクス工業ほど、こうした要件を満たすことが重要であるところはない。水分や炭化水素等の不純物が存在すると、連続生産に支障をきたすことがあり、これによって大きな経済的損失を招くことがある。

【0003】軽質不純物と重質不純物の含量が少ない精製物質が得られるよう、蒸留により物質を精製することが知られている。この点に関して、軽質不純物および重質不純物とは、精製しようとする物質より揮発性が高いか又は低い不純物である。モノシランの精製に適用される蒸留の例が、米国特許第 5,499,506 号に記載されている。該特許によれば、蒸留塔の底部区域に設置されたボトム凝縮器／再沸器 (bottom condenser/reboiler) 中でモノシラン供給ガスを一部液化させる。この部分液化により、供給物からジクロロシランやトリクロロシラン等の重質不純物を分離する。液化されていない水素、モノシラン、およびモノクロロシランを、精留塔の 2 つの物質移動セクションの間に導入して、塔オーバーヘッドを生成させる。蒸留塔の頂部区域中に設けられたトップ凝縮器／再沸器により塔オーバーヘッドを凝縮し、この凝縮液を蒸留塔に還流し、これによって塔底液を生成させ、この塔底液をボトム凝縮器／再沸器によって再沸騰させる。次いでこの塔オーバーヘッドを第 2 の塔に導入してさらなる精留を行う。このさらなる精留により、モノシランを水素等の軽質不純物から分離して、約 100 ppm の不純物含量を有する精製された液体モノシランを得る。

【0004】米国特許第 5,499,506 号による蒸留法は、ボイルアップを生成させるための 2 つの凝縮器／再沸器を必要とするが、このような装置のそれぞれが、こうした方法を実施する上で複雑さとコストを増大させることになる。たとえば、該特許において使用されている凝縮器／再沸器は、蒸留塔系中に種々のモノシランを生成する。さらに、塔の運転圧力は、再沸騰と引き換えに凝縮をもたらすよう充分に高くなければならない。凝縮器／再沸器の系はさらに、蒸留プロセスの複雑で自動化された制御を必要とする。米国特許第 5,499,506 号とこれに類似した系が有するさらなる問題点は、装置と制御をモノシランの製造に対して最適化しなければならない、という点である。したがって、モノシラン以外の物質の精製に対しては、別の塔設計および／または塔系が必要となる。

【0005】後述するように、本発明は、従来技術の方法および装置に比較して操作と制御がはるかに簡単であるような、5 ppm (容量基準) 未満の不純物含量を有する精製物質を得ることのできる蒸留法と装置を提供する。さらに、本発明の方法と装置は、種々の物質が精製できるよう速やかに再構築することができる。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、重質不純物と軽質不純物を含んだ物質を第 1 の蒸留塔にて精留して、軽質不純物の含量が少ない第 1 の塔底液と、軽質不純物の含量が多い第 1 の塔オーバーヘッドとを生成させる、という重質不純物と軽質不純物とを含んだ物質の精製法に関する。塔底液の液体流れを第 2 の蒸留塔に導入し

て、重質不純物含量の多い第2の塔底液と、重質不純物と軽質不純物の含量が少ない第2の塔オーバーヘッドとを生成させる。第2の塔底液を第2の蒸留塔中で沸騰させて、第2の蒸留塔内にボイルアップを供給し、これによって第2の蒸留塔内に上昇蒸気相の形成を開始させる。第2の蒸留塔から蒸気流れを取り出す。この蒸気流れは、上昇蒸気相で構成されている。この蒸気流れを第1の蒸留塔に導入して、第1の蒸留塔中にさらにボイルアップを供給する。第2の塔オーバーヘッドで構成されている生成物流れを第2の蒸留塔から取り出す。

【0007】他の態様においては、本発明は、重質不純物と軽質不純物を含んだ物質を精製するための装置を提供する。本発明のこの態様によれば、物質を精留して、軽質不純物含量の少ない第1の塔底液と、軽質不純物含量の多い第1の塔オーバーヘッドを生成させるための第1の蒸留塔が供給される。第1の塔底液で構成された液体流れを精留するための第2の蒸留塔が供給される。第2の蒸留塔は、このような精留により、重質不純物含量の多い第2の塔底液と、重質不純物と軽質不純物の含量が少ない第2の塔オーバーヘッドとを生成する。第2の蒸留塔中にボイルアップを供給し、これによって第2の蒸留塔中に上昇蒸気相の形成を開始させるよう、第2の蒸留塔中の第2の塔底液を再沸騰させるための再沸器手段が供給される。第2の蒸留塔から蒸気流れを取り出すための手段が供給され、このとき第2の蒸気流れは上昇蒸気相で構成されている。第1の蒸留塔中にボイルアップを供給するよう、蒸気流れを第1の蒸留塔に導入するための手段が供給される。第2の蒸留塔から生成物流れ（第2の塔オーバーヘッドで構成されている）を取り出すための手段が供給される。

【0008】さらに他の態様においては、本発明は、2つの混合物のうちの第1の混合物を、次いで第2の混合物を蒸留塔に導入して、前記2つの混合物の第1と第2の混合物のそれぞれに対して塔オーバーヘッドと塔底液とを生成させる、という2つの混合物を分離する方法を提供する。塔底液を蒸留塔内で沸騰させて蒸留塔内にボイルアップを供給し、これによって蒸留塔内に上昇蒸気相の形成を開始させる。2つの混合物のうちの第1の混合物に対して生成された塔底液のバブルポイント温度より高い凝縮温度を有する第1の熱交換用流体を気化させることによって、そして塔底液と第1の熱交換用流体との間で、第1の熱交換用流体が凝縮し、第1の塔底液が沸騰するよう熱を間接的に交換させることによって、2つの混合物のうちの第1の混合物に対する塔底液を沸騰させる。2つの混合物のうちの第2の混合物に対して生成された塔底液のバブルポイント温度より高い別の凝縮温度を有する第2の熱交換用流体を気化させることによって、そして塔底液と第2の熱交換用流体との間で、第2の熱交換用流体が凝縮し、第2の塔底液が沸騰するよう熱を間接的に交換させることによって、2つの混合物

のうちの第2の混合物に対する塔底液を沸騰させる。

【0009】本発明による供給物の二段精留により、超高純度を達成することが可能となる。2つの蒸留塔において同じボイルアップが使用されるので、プロセス流体がその再沸騰と引き換えに凝縮されるという凝縮器／再沸器の系と異なり、ボイルアップを生成させるのに1つの再沸器だけしか必要としない。この結果、本発明の蒸留塔系は、従来技術の蒸留塔系より設計および制御が簡単となる。後述するように、塔間の繋がりを従来技術より単純化して、製造工程と制御をさらに単純化することができる。プロセス流体の凝縮と再沸騰が同時には起こらないので、本発明の蒸留塔系と方法では、従来技術の運転圧力より低い運転圧力が可能となる。さらに、交換可能な熱交換用流体を用いる再沸器を使用すると、同じ装置あるいは少なくとも設計が共通の装置を使用することにより種々の物質を精製できるようになる。

【0010】本明細書は、発明者が発明であると見なす主題を明確に指摘している特許請求の範囲にて結論を明記しているが、添付の図面を参照しつつ考察すれば、本発明の理解がより深まるものと思われる。

【0011】図1を参照すると、重質不純物と軽質不純物を含んだ物質を精製するための装置1が示されている。本明細書で使用している“軽質不純物”とは、精製しようとする物質より揮発性の高い不純物を意味している。本明細書で使用している“重質不純物”とは、精製しようとする物質より揮発性の低い不純物を意味している。たとえば、シランが装置1において精製しようとする物質である場合、軽質不純物としては、窒素、水素、一酸化炭素、およびメタンなどがある。重質不純物としては、二酸化炭素、クロロシラン、シランのより高度の重合体、シロキサン、エタン、エチレン、プロピレン、および水分などがある。装置1において精製しようとする物質が臭化水素からなる場合、軽質不純物は、窒素、空気、塩化物、水素、および二酸化炭素を含む。重質不純物は、塩素、水分、臭素、および臭素化合物以外の揮発性金属臭化物を含む。装置1は、シラン、二酸化炭素、窒素、水素、メタン、モノクロロシラン、ジクロロシラン、トリクロロシラン、エタン、プロパン、臭化水素、塩化水素、および三塩化ホウ素を含んだ物質を精製するのに使用できる、ということを理解しておかなければならない。

【0012】供給物流れ10を、熱交換器12においてその精留に適した温度に冷却する。供給物流れ10は精製しようとする物質を含有し、熱交換器12は、供給物流れ10を適切に冷却するのに必要な冷却ポテンシャルを供給するように選択された冷却剤を使用する。臭化水素、三塩化ホウ素、または六フッ化タングステンの場合、このような冷却剤は液体二酸化炭素であってよい。

【0013】冷却した後の供給物流れ10を第1の蒸留塔14に供給する。蒸留塔14は、投げ込み充填物（du

mped packing) を満たした精留セクション 1 6 とストリップングセクション 1 8 を有する。精留セクション 1 6 の投げ込み充填物は、支持グリッド 2 0 によって支持されている。ストリップングセクション 1 8 内の投げ込み充填物は、支持グリッド 2 2 によって支持されている。

【0014】第 1 の蒸留塔 1 4 には、供給ライン 2 8 を介して液体二酸化炭素冷却剤が供給される外側セクション 2 6 からなるヘッド凝縮器 2 4 が設けられている。外側セクション 2 6 が内側セクション 3 0 を取り囲んでおり、内側セクション 3 0 においては、上昇蒸気が一部凝縮して第 1 の蒸留塔 1 4 に還流する。この結果得られる気化した二酸化炭素を、排出ライン 2 9 を介して排出する。

【0015】精製しようとする物質を第 1 の蒸留塔内で精留して、熱交換器 2 4 の内側セクション 3 0 中に第 1 の塔オーバーヘッドを生成させる。第 1 の塔オーバーヘッドは軽質不純物の含量が多い。第 1 の蒸留塔 1 4 の還流に必要とされない過剰の軽質不純物は、熱交換器 2 4 の頂部に接続された廃棄ライン 3 2 を介して廃棄する。さらに、精留により、第 1 の蒸留塔 1 4 の底部区域 3 4 において塔底液が生成される。この塔底液は軽質不純物の含量が少なく、バップル 3 8 を有する下向き傾斜したパイプセクション 3 6 内に集まる。第 1 の蒸留塔 1 4 内に生成された塔底液がバップル 3 8 を溢流し、上部精留セクション 4 2 と下部ストリップングセクション 4 4 を有する第 2 の蒸留塔 4 0 に供給される。上部精留セクション 4 2 中には、投げ込み充填物が支持グリッド 4 6 によって支持されている。下部ストリップングセクション 4 4 中には、投げ込み充填物が支持グリッド 4 8 によって支持されている。

【0016】第 2 の精留塔 4 0 には、ヘッド凝縮器 2 4 と同じ設計のヘッド凝縮器 5 0 が取り付けられている。ヘッド凝縮器 5 0 は外側セクション 5 2 を有しており、この外側セクションに供給ライン 5 4 を介して液体二酸化炭素が供給される。ヘッド凝縮器中に供給される液体二酸化炭素冷却剤を使用することにより、蒸留塔 1 4 内に生成された塔オーバーヘッドを一部凝縮させて塔 4 0 に還流する。これによって液体二酸化炭素が気化し、排出ライン 5 6 を介して蒸気が排出される。

【0017】第 2 の蒸留塔 4 0 は、第 1 の蒸留塔 1 4 から生成された塔底液を精留するよう機能する。この精留により、底部区域 5 8 において、重質不純物含量の多い第 2 の塔底液が生成する。第 2 のヘッド凝縮器 5 2 を通る塔オーバーヘッドは、重質不純物と軽質不純物の含量が少なく、したがって精製された生成物を構成しており、排出ライン 6 0 によって取り出される。

【0018】第 2 の蒸留塔 4 0 に対する、そして最終的には第 1 の蒸留塔 1 4 に対するボイルアップを供給するために、第 2 の蒸留塔の底部区域 5 8 が突き出ているリザーバー 6 4、を有する再沸器 6 2 が供給される。この

リザーバーは、電気発熱体 6 6 によって加熱される熱交換用流体を収容するように設計されている。熱伝達用流体が入口 6 8 を介してリザーバー 6 4 に入り、弁 7 2 を設けた排出ライン 7 0 を介して排出される。使用される熱伝達用流体は、第 2 の蒸留塔 4 0 中に生成される第 2 の塔底液のバブルポイント温度より高い凝縮温度を有するものである。これによって、第 2 の蒸留塔 4 0 の底部区域 5 8 内にて、熱交換用流体の凝縮と引き換えに第 2 の塔底液の沸騰が起こる。精製しようとする物質中に含まれている重質成分の堆積を防止するために、蒸留塔 4 0 の底部区域 5 8 に、堆積液体の排出を可能にするための排出ライン 7 4 が設けられている。

【0019】熱交換用流体は、精製しようとする物質に応じて選択する。シランの場合には、キセノンを使用することができる。臭化水素に対しては R 2 2 が、そして三塩化ホウ素や六フッ化タングステンに対しては R 1 2 4 が使用される。熱交換器 6 2 は、当然ながら他の用途においても使用することができ、したがって図示の精製塔に限定されるわけではない。これは、蒸留一般に対してより広い用途を有する。2 種の物質（たとえばシラン、それから三塩化ホウ素）を精製するためには、塔を窒素でフラッシングした後、熱交換用流体を単に三塩化ホウ素に適したものに变化させる。理解しておかなければならないことは、蒸留する前に、三塩化ホウ素を加熱して約 5 0 °C で気化させ、次いで装置 1 に蒸気として流入するよう 3 0 °C に冷却する、という点である。さらに、熱交換器 1 2 およびヘッド凝縮器 2 4 と 5 0 のための冷却剤は、シランに対する窒素から三塩化ホウ素に対する二酸化炭素まで変えることができる。さらに留意しておくべきことは、装置 1 において使用される材料が、精製しようとする物質と相容性のあるものでなければならないということである。たとえば、三塩化ホウ素のような腐食性物質を精製しようとする場合、装置 1 はニッケルで造られていなければならない。シラン等の非腐食性物質を精製しようとする場合は、装置 1 の材料はステンレス鋼でよい。

【0020】三塩化ホウ素の場合、5 0 °C に加熱した後、このような温度にて生成した蒸気を、さらに加熱することなく第 1 の蒸留塔 1 4 に直接導入することができる、という点に留意しなければならない。次いで導入後直ちに、蒸気を 3 0 °C の塔運転温度に冷却する。本発明の用途は図示の実施態様に限定されないけれども（このことは図示の実施態様の詳細な説明から明らかであろう）、蒸留塔全体としての系は、供給入口が過熱されても（おそらく熱力学的には非効率的であるが）小規模運転のために運転コストがそれほど増大しない、という程度の小さな規模である。実際、当業者には周知のことであるが、いかなる物質も過熱ガスとして導入することができる。しかしながら、ヘッド凝縮器に対する熱負荷が増大し、たとえば窒素の場合、蒸留の原価効率が悪くな

るような、また予備冷却が必要となるようなポイントに達する。また極端な場合、液体供給物または過冷却した液体供給物を使用することができ、したがって熱交換器12を組み込む必要がなくなる。

【0021】蒸留塔40の底部区域58を加熱することにより得られるボイルアップによって開始される上昇蒸気流れが塔40内に上昇蒸気相を形成し、この上昇蒸気相が、充填物エレメントにより、第2のヘッド凝縮器50を介しての塔オーバーヘッドの凝縮によって形成される下降液相と接触する。蒸気が上昇し、下向き傾斜管36のじゃま板38上を通過することによって蒸留塔14に運ばれる。このような蒸気はボイルアップを供給し、これによって第1の蒸留塔14内に上昇蒸気相が形成される。この上昇蒸気相が、第1のヘッド凝縮器24によってなされる塔オーバーヘッドの凝縮により生成される下降液相と接触する。

【0022】ここで理解しておかなければならないことは、下向き傾斜管36が自己調節式(self-regulating)であって、それ以上の制御装置を必要としないという点において、こうした下向き傾斜管を使用するということは、第1の蒸留塔14と第2の蒸留塔40とを連結させる好ましい方法である、という点である。蒸留塔間のこのようなタイプの連結はさらに、図示の実施態様以外のより広い応用可能性を有する、という点も留意しなければならない。

【0023】たとえば、装置1は、第1の蒸留塔が、約

12インチの上部精留セクションと約96インチの下部ストリッピングセクションを有するように造り上げることができる。上部精留セクションは1.5インチ管から造ることができる。下部ストリッピングセクションは1インチ管から造ることができる。第2の精留塔40の上部精留セクション42は、1.5インチのスケジュール(schedule)40パイプから造ることができる。第2の蒸留塔40の下部ストリッピングセクション44は、長さ12インチのスケジュール40管から造ることができる。このようなセクションはいずれも、MELAPAK(Bタイプの投げ込み充填物)を詰めることができる。1分当たり4標準リットルの割合のシランの流れを、約10℃の温度にて第1の蒸留塔14中に導入した。5ppbにまで減少した不純物割合を有する生成物が20%の回収率にて得られた。

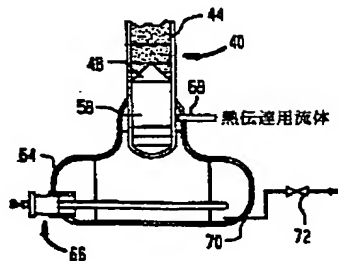
【0024】好ましい実施態様を挙げて本発明を説明してきたが、当業者にとっては、本発明の精神と範囲を逸脱することなく、多くの変形、付加形、および簡略形が可能であることは言うまでもない。

【図面の簡単な説明】

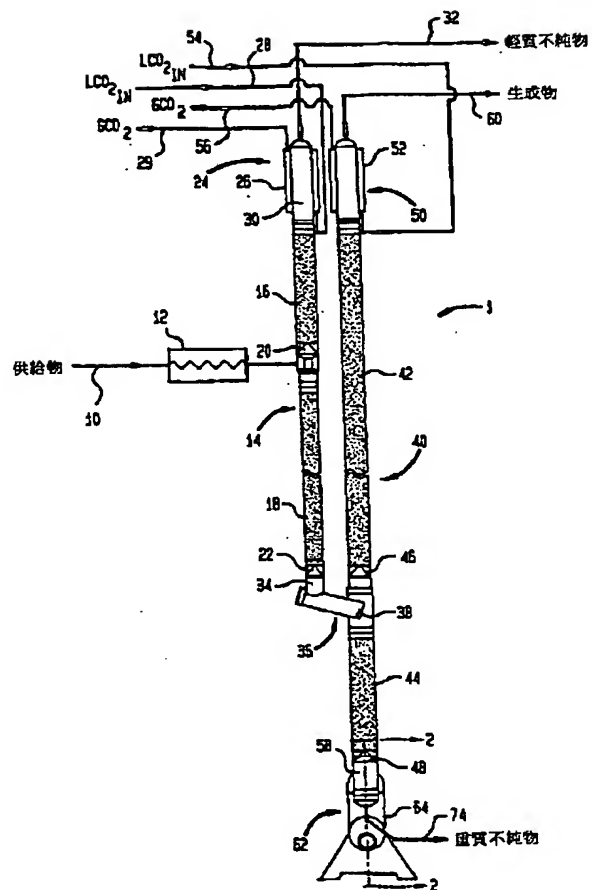
【図1】本発明による方法を実施するための装置の透視図である。

【図2】図1のライン2-2に沿って切り取ったときの一部省略断面図であり、本発明による再沸器を示している。

【図2】



【図1】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁶

F 2 5 J 3/04

識別記号

庁内整理番号

F I

F 2 5 J 3/04

技術表示箇所

Z